

1/1 WPAT - (C) Derwent
AN - 1993-305462 [39]
XA - C1993-135870
XP - N1993-234972
TI - Process oils of specified poly:cyclic aromatic content - used in the manufacture of elastomers, partic. rubber tyres, and in printing ink industry
DC - A60 G02 H08 Q11
PA - (BRPE) BP FRANCE
IN - BLANCHARD X; GADENNE S; LAMBERT D
NP - 1
NC - 1
PN - FR2685705 A1 19930702 DW1993-39 C10M-101/00 34p *
AP: 1991FR-0016291 19911230
PR - 1991FR-0016291 19911230
IC - C10M-101/00 B29D-030/00 B60C-001/00 C09D-011/00
AB - FR2685705 A
Process oils which have a polycyclic aromatic content (PCA) less than 3% and having the following characteristics: Kinematic viscosity at 100 deg.C 15-37 mm²/5. Aniline Pt. = 65-105 deg.C; Viscosity-gravity constant (VGC) = 0.845-0.900; and Aromatic cpds. = 20-75% are claimed.
- Also claimed is the prepn. of these prods. by mixt. of base lubric and use as process oils and additives.
- USE - The oils are suitable for use in the rubber tyre and printing ink industries, and are also used as additives with de-watering and anti-rust properties, and as diluents for polymers. (Dwg.0/0)
MC - CPI: A08-S A12-T01 G02-A04A H08-D
UP - 1993-39

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 685 705

(21) N° d'enregistrement national : 91 16291

(51) Int Cl⁵ : C 10 M 101/00, C 09 D 11/00, B 29 D 30/00, B 60 C
1/00

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(12)

(22) Date de dépôt : 30.12.91.

(71) Demandeur(s) : Société Anonyme dite: BP FRANCE
— FR.

(30) Priorité :

(72) Inventeur(s) : Blanchard Xavier, Gadenne Sophie et
Lambert Didier.

(43) Date de la mise à disposition du public de la
demande : 02.07.93 Bulletin 93/26.

(73) Titulaire(s) :

(56) Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : Se reporter à la fin du présent fascicule.

(74) Mandataire : Bureau D.A. Casalonga - Josse.

(54) Huiles de procédé.

(57) Ces huiles de procédé présentent les caractéristiques
physiques et chimiques ci-après.

Viscosité cinématique à 100°C	15-37 mm ² /s
Point d'anielline	65-105°C
Constante de viscosité densité (VGC)	0,845-0,900
Teneur en polycycliques aromatiques	< 3% en poids
Composés aromatiques	20-75% en poids

FR 2 685 705 - A1



HUILES DE PROCEDE.

L'invention a pour objet des huiles de procédé.

On entend par huiles de procédé des huiles utilisées comme agent chimique dans un procédé de fabrication, ou qui entrent dans certaines 5 fabrications comme constituants.

Les huiles de procédé selon l'invention, dénommées ENERTHENE (marque déposée) conviennent pour le travail des élastomères, 10 notamment dans la fabrication des pneumatiques. Elles conviennent également pour la fabrication d'encre, notamment d'encre 15 d'imprimerie.

D'autres utilisations des huiles du procédé selon l'invention sont la dilution des polymères, additifs pour lubrifiants, agents hydrofuges, 20 antirouille, etc.

Pour convenir à ces utilisations, les huiles de procédé doivent 25 présenter des caractéristiques chimiques et physiques particulières.

Parmi les caractéristiques chimiques importantes des huiles de procédé, on peut citer la viscosité cinématique à 100°C, le point 30 d'aniline, la constante viscosité/densité (en anglais "Viscosity/gravity constant) (VGC), la répartition des constituants en hydrocarbures saturés, en composés polaires et en composés aromatiques et plus particulièrement la teneur en composés aromatiques et en polycycliques aromatiques (PCA). La détermination de la répartition en composés saturés, polaires et aromatiques est faite d'après la norme américaine ASTM D-2007. Cette détermination comprend la lixiviation de l'huile par du n-pentane, suivie de l'adsorption d'abord par de l'argile adsorbant puis par du gel de silice.

On entend par composés polaires les matières retenues sur l'argile adsorbant, dans des conditions déterminées. Ce sont des composés à plusieurs noyaux, comprenant un ou plusieurs hétérocycles renfermant 35 du soufre ou de l'azote ou de l'oxygène.

On entend par composés aromatiques les matières non retenues par l'argile adsorbant, mais retenues sur le gel de silice, dans des conditions déterminées. Ce sont des composés à plusieurs noyaux ne renfermant pas d'hétérocycles.

On entend par hydrocarbures saturés les matières non retenues, ni par l'argile adsorbant, ni par le gel de silice, dans des conditions déterminées. Ce sont des paraffines comme l'hexane, des naphtènes comme le cyclohexane, des alkylnaphtènes ou composés similaires.

5 On entend par hydrocarbures aromatiques polycycliques (PCA) les hydrocarbures aromatiques et leurs dérivés renfermant du soufre ou de l'azote et comprenant trois ou plus de trois noyaux condensés. Ces noyaux peuvent être substitués par des chaînes courtes alkyle ou cycloalkyle. La détermination de la teneur en PCA se fait d'après la norme IP 346 de l'Institut de Petrole britannique.

10 Les PCA sont considérés comme pouvant présenter un certain effet cancérogène et il y a par conséquent intérêt à limiter la teneur en PCA. Les huiles de procédé selon l'invention renferment une teneur en PCA inférieure à 3% en poids du poids total de l'huile.

15 D'autres caractéristiques importantes des huiles de procédé sont la viscosité cinématique à 40°C, le point éclair, le point d'écoulement, l'indice de réfraction, l'indice de réfraction théorique à la densité zéro, la teneur en soufre et la densité ou masse volumique.

20 La masse volumique est déterminée par la norme française T60101. Les viscosités cinématiques sont déterminées selon la norme française T60100. Le point éclair est déterminé d'après la norme française T60118. Le point d'aniline est déterminé d'après la norme française M07021. Le point d'écoulement est déterminé d'après la norme française T60105. L'indice de réfraction est déterminé d'après la norme française T60212.

25 L'indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI) est déterminé d'après la norme américaine ASTM D2159.

30 La constante viscosité densité (viscosity gravity constante) (VGC) est déterminée d'après la norme américaine ASTM 2501.

35 La teneur en soufre est déterminée selon la norme française T07053.

La présente invention a pour objet des huiles de procédé, dénommées ENERTHENE, qui se distinguent (i) par des caractéristiques chimiques et physiques spécifiques, convenant pour leur utilisation dans l'industrie des pneumatiques et des encres

d'imprimerie, et (ii) par une teneur en PCA inférieure à 3% en poids .
 D'autres objets de l'invention apparaîtront à la lecture de la description et des exemples.

5 Les caractéristiques physiques et chimiques des huiles de procédé selon l'invention sont représentées sur le tableau 1.

TABLEAU 1

	10	Massé volumique à 15°C	0,910-0,965
		Viscosité cinématique à 40°C	150-1200 mm ² /s
	10	Viscosité cinématique à 100°C	15-37 mm ² /s
		Point éclair	> 220°C
		Point d'aniline	65-105°C
		Point d'écoulement	< - 9°C
	15	Indice de réfraction	1,51-1,54
		Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI)	1,03-1,07
		Constante viscosité densité (VGC)	0,845-0,900
		Soufre % en poids	< 4%
	20	Polycycliques aromatiques	< 3%
		(PCA) % en poids	
		<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
	25	Hydrocarbures saturés	25-65 %
		Composés polaires	0-20 %
		Composés aromatiques	20-75 %

Des huiles de procédé, dénommées ENERTHENE 317, qui conviennent pour différentes utilisations, notamment pour la fabrication des pneus et des encres d'imprimerie, présentent les caractéristiques physiques et chimiques mentionnées sur le tableau 2.

5

TABLEAU 2

	Masse volumique à 15°C	0,930-0,950
	Viscosité cinématique à 40°C	150-400 mm ² /s
	Viscosité cinématique à 100°C	15-22 mm ² /s
10	Point éclair	> 220°C
	Point d'aniline	75-85°C
	Point d'écoulement	< -3°C
	Indice de réfraction à 20°C	1,51-1,53
	Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI)	1,03-1,06
15	Constante viscosité densité (VGC)	0,850-0,880
	Soufre % en poids	< 4%
	Polycycliques aromatiques	
	(PCA) % en poids	< 3%
20	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
	Hydrocarbures saturés	25-65 %
	Composés polaires	0-10 %
	Composés aromatiques	40-75 %

D'autres huiles de procédé, dénommées ENERTHENE 327, donnent de bons résultats dans la fabrication des caoutchoucs. Leurs caractéristiques physiques et chimiques figurent sur le tableau 3.

TABLEAU 3

5	Masse volumique à 15°C	0,910-0,940
	Viscosité cinématique à 40°C	400-650 mm ² /s
	Viscosité cinématique à 100°C	25-32 mm ² /s
	Point éclair	> 270°C
10	Point d'aniline	95-105°C
	Point d'écoulement	< -9°C
	Indice de réfraction à 20°C	1,51-1,53
	Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI)	1,03-1,07
15	Constante viscosité densité (VGC)	0,845-0,855
	Soufre % en poids	< 3%
	Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids	< 2%
20	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
	Hydrocarbures saturés	35-55 %
	Composés polaires	0-10 %
	Composés aromatiques	40-70 %

Les huiles de procédé, dénommées ENERTHENE 424, conviennent pour différentes utilisations, notamment pour la fabrication des encres d'imprimerie. Leurs caractéristiques physiques et chimiques sont résumées sur le tableau 4.

5

TABLEAU 4

	Massé volumique à 15°C	0,930-0,960
	Viscosité cinématique à 40°C	400-600 mm ² /s
	Viscosité cinématique à 100°C	22-27 mm ² /s
10	Point éclair	> 270°C
	Point d'aniline	-72-82°C
	Point d'écoulement	< -3°C
	Indice de réfraction à 20°C	1,51-1,54
	Indice de réfraction théorique à la densité	1,04-1,07
15	zéro (RI)	0,870-0,885
	Constante viscosité densité (VGC)	< 3,5%
	Soufre % en poids	
	Polycycliques aromatiques	
	(PCA) % en poids	< 3%
20	<u>Nature chimique des constituants</u>	<u>% poids</u>
	Hydrocarbures saturés	25-50 %
	Composés polaires	5-20 %
	Composés aromatiques	40-75 %

Les huiles de procédé, dénommées ENERTHENE 428, conviennent pour différentes applications, y compris la fabrication des pneus. Leurs caractéristiques physiques et chimiques sont résumées sur le tableau 5.

5

TABLEAU 5

	Massé volumique à 15°C	0,945-0,965
	Viscosité cinématique à 40°C	650-900 mm ² /s
	Viscosité cinématique à 100°C	25-33 mm ² /s
10	Point éclair	> 220°C
	Point d'aniline	-65-85°C
	Point d'écoulement	< -3°C
	Indice de réfraction à 20°C	1,52-1,54
	Indice de réfraction théorique à la densité	
15	zéro (RI)	1,04-1,07
	Constante viscosité densité (VGC)	0,880-0,900
	Soufre % en poids	< 4 %
	Polycycliques aromatiques	
	(PCA) % en poids	< 3 %
20	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
	Hydrocarbures saturés	55-65 %
	Composés polaires	5-20 %
	Composés aromatiques	20-50 %

Les huiles de procédé, dénommées ENERTHENE 432, donnent de bons résultats pour différentes applications, notamment pour la fabrication des pneus. Leurs caractéristiques physiques et chimiques sont résumées dans le tableau 6.

5

TABLEAU 6

	Massé volumique à 15°C	0,935-0,965
	Viscosité cinématique à 40°C	650-1200 mm ² /s
	Viscosité cinématique à 100°C	27-37 mm ² /s
10	Point éclair	> 290°C
	Point d'aniline	76-86°C
	Point d'écoulement	< -9°C
	Indice de réfraction à 20°C	1,52-1,54
	Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI)	1,04-1,07
15	Constante viscosité densité (VGC)	0,870-0,900
	Soufre % en poids	< 4 %
	Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids	< 3 %
20	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
	Hydrocarbures saturés	25-65 %
	Composés polaires	5-20 %
	Composés aromatiques	30-75 %

5 L'invention a également pour objet le procédé de préparation des huiles de procédé ENERTHENE selon l'invention. Ces huiles peuvent être préparées par mélange, à partir d'huiles lubrifiantes de base, provenant du traitement des résidus de distillation atmosphérique et sous vide.

10 Les huiles de base préférées pour servir de matière de départ à la production des huiles du procédé ENERTHENE, sont les suivantes.

FILTRAT MOYEN Bright stock (FMBS)

15 C'est une base de lubrifiant à haute viscosité, obtenue à partir d'un résidu sous vide désasphalté au solvant et plus particulièrement au propane, recevant ensuite un traitement d'extraction des composés aromatiques au solvant et plus particulièrement au furfural, suivi d'un déparaffinage au solvant et plus particulièrement avec des alkyles cétones telles que la méthylisobutylcétone (MiBC).

15 Ses caractéristiques physiques et chimiques figurent sur le tableau 7.

TABLEAU 7Caractéristiques des bases dénommées FILTRAT MOYEN BS

	5	Massé volumique à 15°C kg/l	0,92-0,94
		Viscosité cinématique à 40°C	500-800 mm ² /s
		Viscosité cinématique à 100°C	20-40 mm ² /s
		Point éclair	> 220°C
		Point d'aniline	90-110°C
		Point d'écoulement	< -3°C
10		Indice de réfraction à 20°C	1,50-1,52
		Constante viscosité densité (VGC)	0,840-0,860
		Soufre % en poids	< 3 %
		Polycycliques aromatiques	< 2 %
		(PCA) % en poids	
15		<u>Nature chimique des constituants</u> % poids	
		Hydrocarbures saturés	30-55 %
		Composés polaires	0-10 %
		Composés aromatiques	40-70 %

FILTRAT MOYEN 80 (FM 80)

5 C'est une base de lubrifiant à haute viscosité, obtenue à partir d'un distillat sous vide, dont on fait varier le point de coupe en fonction de l'origine du résidu atmosphérique. Le distillat d'une viscosité d'environ 14,5 cSt à 100°C est ensuite traité au solvant et plus particulièrement au furfural pour en extraire les composés aromatiques, puis il est déparaffiné au solvant et plus particulièrement avec des alkyles cétones.

10 Ses caractéristiques physiques et chimiques figurent sur le tableau 8.

TABLEAU 8

	15	Massé volumique à 15°C kg/l	0,91-0,93
		Viscosité cinématique à 40°C	140-200 mm ² /s
		Viscosité cinématique à 100°C	10-20 mm ² /s
		Point éclair	> 220°C
		Point d'aniline	80-95°C
		Point d'écoulement	< -3°C
	20	Indice de réfraction à 20°C	1,49-1,52
		Constante viscosité densité (VGC)	0,840-0,860
		Soufre % en poids	< 3 %
		Polycycliques aromatiques	
		(PCA) % en poids	< 2 %
	25	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
		Hydrocarbures saturés	35-55 %
		Composés polaires	0-10 %
		Composés aromatiques	40-70 %

EXTRAIT Bright stock (XTBS)

C'est un extrait de haute viscosité obtenu à partir d'un résidu sous vide, désasphalté au solvant et plus particulièrement au propane, traité ensuite au solvant et plus particulièrement au furfural pour en extraire les composés aromatiques, sans déparaffinage.

5 Ses caractéristiques physiques et chimiques figurent sur le tableau 9.

TABLEAU 9

10	masse volumique à 15°C kg/l	0,99-1,02
	viscosité cinétique à 100°C	80-150 mm ² /s
	Point éclair	> 220°C
	Point d'aniline	30-60°C
	Point d'écoulement	< 12°C
15	Indice de réfraction à 20°C	1,55-1,58
	constante viscosité densité (VGC)	0,920-0,96
	soufre % en poids	< 5 %
	polycycliques aromatiques	< 10 %
20	(PCA) % en poids	
	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
	hydrocarbures saturés	5-25 %
	composés polaires	5-20 %
	composés aromatiques	50-90 %

Les ENERTHENE 317 peuvent être obtenus par mélange binaire de XTBS et de FM80, dans une proportion de 60 à 90% en poids et de préférence entre 75 et 85% en poids de FM80 et de 10 à 40% et de préférence entre 15 et 25% en poids de XTBS.

5 Les ENERTHENE 327 peuvent être obtenus par mélange binaire de 10 à 40% et de préférence entre 15 et 25% en poids de FM80 et de 60 à 90% en poids et de préférence entre 75 et 85% en poids de FMBS.

10 Les ENERTHENE 428 peuvent être obtenus par mélange binaire de 40 à 70% et de préférence entre 50 et 60% en poids de FM80 et de 30 à 60% en poids et de préférence entre 40 et 50% en poids de XTBS.

15 Les ENERTHENE 424 peuvent être obtenus par mélange ternaire
- de 45 à 75% en poids et de préférence entre 50 et 65% en poids de FM80;

- de 5 à 25% et de préférence entre 5 et 20% en poids de FMBS; et
- de 15 à 45% et de préférence entre 20 et 35% en poids de XTBS.

Les ENERTHENE 432 peuvent être obtenus par mélange ternaire

- de 10 à 45% et de préférence entre 20 et 35% de FM80;

- de 25 à 65% et de préférence entre 35 et 50% de FMBS;

- de 5 à 50% et de préférence de 20 à 35% en poids de XTBS.

20 Il est également possible de préparer les ENERTHENE 424 et 432 par mélange binaire en évitant l'utilisation d'extrait d'XTBS. Dans ce cas, on utilise comme matière de départ les bases FM80 alourdiées (FM80A) et FMBS alourdiées (FMBSA).

25 Ces bases alourdiées sont obtenues en modifiant les conditions opératoires lors du procédé d'extraction au solvant pour extraire les aromatiques et plus particulièrement le gradient de température de la tour d'extraction ainsi que la température de décantation.

30 Les bases alourdiées FM80A et FMBSA présentent une masse volumique, une viscosité, un point d'écoulement et un indice de réfraction à 20°C plus élevés que les bases FM80 et FMBS, respectivement.

Les caractéristiques de ces bases alourdiées figurent sur les tableaux 10 et 11.

TABLEAU 10FM 80 A

	5	Massé volumique à 15°C kg/l	0,92-0,95
		Viscosité cinétique à 40°C	150-300 mm ² /s
		Viscosité cinétique à 100°C	10-25 mm ² /s
		Point d'écoulement	< -3°C
		Indice de réfraction à 20°C	1,51-1,53
		Constante viscosité densité (VGC)	0,860-0,880
	10	Soufre % en poids	< 5 %
		Polycycliques aromatiques	
		(PCA) % en poids	< 3 %
		<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
	15	Hydrocarbures saturés	30-55 %
		Composés polaires	0-15 %
		Composés aromatiques	40-65 %

TABLEAU 11

	20	<u>FM BS A</u>	
		Massé volumique à 15°C kg/l	0,93-0,97
		Viscosité cinétique à 40°C	1000-2000 mm ² /s
		Viscosité cinétique à 100°C	35-60 mm ² /s
	25	Point d'écoulement	< -3°C
		Indice de réfraction à 20°C	1,51-1,54
		Polycycliques aromatiques	
		(PCA) % en poids	< 3 %
	30	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
		Hydrocarbures saturés	25-55 %
		Composés polaires	5-20 %
		Composés aromatiques	40-75 %

5 Les ENERTHENE 424 peuvent être obtenus par le mélange binaire de FM80A et de FMBSA dans une proportion de 45 à 75% en poids et de préférence entre 50 et 65% en poids de FM80A et de 25 à 55% et de préférence entre 35 et 50% en poids de FMBSA .

10 Les ENERTHENE 432 peuvent être obtenus par le mélange binaire de FM80A et de FMBSA dans une proportion de 15 à 55% en poids et de préférence entre 25 et 40% en poids de FM80A et de 45 à 85% et de préférence entre 60 et 75% en poids de FMBSA.

15 Bien entendu, les bases d'huiles lubrifiantes FM80, FMBS, FM80A, FMBSA et l'extrait XTBS peuvent être remplacées dans la préparation des huiles de procédé selon l'invention par d'autres bases et extraits ayant des caractéristiques similaires.

15 - L'invention est illustrée par les exemples non limitatifs ci-après.

EXAMPLE 1Préparation d'ENERTHENE 317

5	- FM 80	80 % en poids
	- XTBS	20 % en poids
	TOTAL	100 %

EXAMPLE 2Préparation d'ENERTHENE 432

10	- FM 80	36 % en poids
	- FMBS	33 % en poids
15	- XTBS	31 % en poids
	TOTAL	100 %

Les caractéristiques physiques et chimiques des ENERTHENE 317 et 432 préparés dans les exemples 1 et 2 respectivement, figurent sur le tableau 12.

TABLEAU 12

5

		<u>Exemple 1</u> <u>ENERTHENE</u>	<u>Exemple 2</u> <u>ENERTHENE</u>
		<u>317</u>	<u>432</u>
10	Masse volumique à 15°C kg/l	0,935	0,948
	Viscosité cinétique à 40°C mm ² /s	284	758,2
	Viscosité cinétique à 100°C mm ² /s	18,4	32,1
	Point éclair °C	290	300
	Point d'aniline °C	81	82,5
15	Indice de réfraction à 20°C	1,5153	1,5270
	Point d'écoulement °C	- 6	- 15
	Constante viscosité densité (VGC)	0,868	0,8759
	Indice de réfraction théorique à densité zéro (RI)	1,049	1,0547
20	Soufre % en poids	2,3	2,8
	Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids	2,9	2,8
25	<u>Nature chimique des constituants</u>		
	% poids		
	Hydrocarbures saturés	48	40,4
	Composés polaires	5	9,0
	Composés aromatiques	47	50,6

Les caractéristiques des bases de départ FM80, FMBS et XTBS utilisées pour la préparation des exemples 1 à 5, figurent sur le tableau 13.

TABLEAU 13

		<u>XT BS</u>	<u>FM 80</u>	<u>FM BS</u>
5	Masse volumique à 15°C kg/l	1,0057	0,9236	0,9246
10	Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s		178,24	628,5
	Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s	97,3	14,14	33,89
10	Soufre % en poids	4,28	1,88	1,71
	Point éclair °C	298	276	312
	Point d'aniline °C	49,1	84	102,7
15	Constante viscosité densité (VGC)	0,9363	0,8578	0,8444
	Polycycliques aromatiques			
15	(PCA) % en poids	4,9	0,83	0,56
	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>			
20	Hydrocarbures saturés	13,8	42,3	48,8
	Composés polaires	15,6	2,5	6,2
	Composés aromatiques	70,6	55,2	45

EXEMPLE 3Préparation d'ENERTHENE 327

5	- FM80	20 % en poids
	- FMBS	80 % en poids
	TOTAL	100 %

EXEMPLE 4Préparation d'ENERTHENE 424

10	- FM80	59 % en poids
	- FMBS	10 % en poids
	- XTBS	31 % en poids
	TOTAL	100 %

15

EXEMPLE 5Préparation d'ENERTHENE 428

20	- FM80	55 % en poids
	- XTBS	45 % en poids
	TOTAL	100 %

Les caractéristiques physiques et chimiques des ENERTHENE 327, 424 et 428 préparés dans les exemples 3, 4 et 5 respectivement, figurent sur le tableau 14.

TABLEAU 14

		<u>Exemple 3</u>	<u>Exemple 4</u>	<u>Exemple 5</u>
		<u>ENERTHENE</u>	<u>ENERTHENE</u>	<u>ENERTHENE</u>
		<u>327</u>	<u>424</u>	<u>428</u>
5				
10	Masse volumique à 15°C kg/l	0,925	0,943	0,958
15	Viscosité cinétique à 40°C mm ² /s	541	483	750
20	Viscosité cinétique à 100°C mm ² /s	30,0	24,6	29,3
25	Point éclair °C	303	296	288
30	Point d'aniline °C	98	78	71,4
	Indice de réfraction à 20°C	1,5151	1,5280	1,5335
	Point d'écoulement °C	- 13	- 9	- 13
	Constante viscosité densité (VGC)	0,847	0,879	0,891
	Indice de réfraction théorique à densité zéro (RI)	1,054	1,058	1,056
	Soufre % en poids	2,1	2,8	3,1
	Polycycliques aroma- tiques (PCA) % en poids	0,7	2,9	2,9
	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>			
	Hydrocarbures saturés	46,5	38	61
	Composés polaires	5,0	14	10
	Composés aromatiques	48,5	48	29

EXEMPLE 6

Préparation d'ENERTHENE 424 à partir des bases de lubrifiant
FM80A et FMBSA.

5	- FM80A	59% en poids
	- FMBSA	41% en poids
	TOTAL	100%

10

EXEMPLE 7

Préparation d'ENERTHENE 432 à partir des bases de lubrifiant
FM80A et FMBSA.

15	- FM80A	30% en poids
	- FMBSA	70% en poids
	TOTAL	100%

20

Les caractéristiques physiques et chimiques des ENERTHENE 424 et 432 préparés dans les exemples 6 et 7 respectivement, figurent sur le tableau 15.

TABLEAU 15

5

		<u>Exemple 6</u> <u>ENERTHENE</u>	<u>Exemple 7</u> <u>ENERTHENE</u>
		<u>424</u>	<u>432</u>
10	Masse volumique à 15°C kg/l	0,9401	0,9449
	Masse volumique à 40°C kg/l	0,9038	0,9088
	Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s	277,5	735,2
	Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s	23,8	32,53
	Indice de réfraction à 20°C	1,5208	1,5244
15	Constante viscosité densité (VGC)	0,870	0,87
	Polycycliques aromatiques		
	(PCA) % en poids	2,5	1,7
	<u>Nature chimique des constituants</u>		
20	% poids		
	Hydrocarbures saturés	45	44,9
	Composés polaires	8,3	8,8
	Composés aromatiques	46,7	46,3

Les caractéristiques des bases de départ FM80A et FMBSA utilisés pour la préparation des exemples 6 et 7, figurent sur le tableau 16.

5

TABLEAU 16

		<u>FM80 A</u>	<u>FMBSA</u>
10	Masse volumique à 15°C kg/l	0,933	0,9507
	Masse volumique à 70°C kg/l	0,8965	0,9148
	Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s	199,8	1470,4
	Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s	14,76	49,55
15	Indice de réfraction à 20°C	1,5156	1,5282
	Point d'écoulement °C	- 16	- 17
	Constante viscosité densité (VGC)	0,867	0,8715
	(PCA) % en poids	2,6	1,9
<u>Nature chimique des constituants</u>			
20	% poids		
	Hydrocarbures saturés	45,17	44,72
	Composés polaires	7,53	9,38
	Composés aromatiques	47,3	45,9

REVENDICATIONS

1. Huiles de procédé, caractérisées par une teneur en polycycliques aromatiques (PCA) inférieure à 3% en poids du poids total, et en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

5	Viscosité cinématique à 100°C	15-37 mm ² /s
	Point d'aniline	65-105°C
	Constante viscosité densité (VGC)	0,845-0,900
	Composés aromatiques	20-75 %

10 2. Huiles de procédé, selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

	Viscosité cinématique à 100°C	15-22 mm ² /s
	Point d'aniline	75-85°C
	Constante viscosité densité (VGC)	0,850-0,880
15	Composés aromatiques	40-75 %

15 3. Huiles de procédé, selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

20	Viscosité cinématique à 100°C	25-32 mm ² /s
	Point d'aniline	95-105°C
	Constante viscosité densité (VGC)	0,845-0,855
	Polycycliques aromatiques	< 2%
	(PCA) % en poids	40-70 %
25	Composés aromatiques	

25 4. Huiles de procédé, selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

30	Viscosité cinématique à 100°C	22-27 mm ² /s
	Point d'aniline	72-82°C
	Constante viscosité densité (VGC)	0,870-0,885
	Composés aromatiques	40-75 %

30 5. Huiles de procédé, selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

Viscosité cinématique à 100°C	25-33 mm ² /s
Point d'aniline	65-85°C
Constante viscosité densité (VGC)	0,880-0,900
Composés aromatiques	20-50 %

5 6. Huiles de procédé, selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

Viscosité cinématique à 100°C	27-37 mm ² /s
Point d'aniline	76-86°C
Constante viscosité densité (VGC)	0,870-0,900
Composés aromatiques	30-75 %

7. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

15	Massé volumique à 15°C	0,910-0,965
	Viscosité cinématique à 40°C	150-1200 mm ² /s
	Viscosité cinématique à 100°C	15-37 mm ² /s
	Point éclair	> 220°C
	Point d'aniline	65-105°C
20	Point d'écoulement	< - 9°C
	Indice de réfraction	1,51-1,54
	Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI)	1,03-1,07
	Constante viscosité densité (VGC)	0,845-0,900
25	Soufre % en poids	< 4%
	Polycycliques aromatiques	
	(PCA) % en poids	< 3%

Nature chimique des constituants % poids

30	Hydrocarbures saturés	25-65 %
	Composés polaires	0-20 %
	Composés aromatiques	20-75 %

8. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

	Massé volumique à 15°C	0,930-0,950
	Viscosité cinématique à 40°C	150-400 mm ² /s
	Viscosité cinématique à 100°C	15-22 mm ² /s
	Point éclair	> 220°C
5	Point d'aniline	75-85°C
	Point d'écoulement	< -3°C
	Indice de réfraction à 20°C	1,51-1,53
	Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI)	1,03-1,06
10	Constante viscosité densité (VGC)	0,850-0,880
	Soufre % en poids	< 4%
	Polycycliques aromatiques	
	(PCA) % en poids	< 3%
15	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
	Hydrocarbures saturés	25-65 %
	Composés polaires	0-10 %
	Composés aromatiques	40-75 %
20	9. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :	
	Massé volumique à 15°C	0,910-0,940
	Viscosité cinématique à 40°C	400-650 mm ² /s
	Viscosité cinématique à 100°C	25-32 mm ² /s
25	Point éclair	> 270°C
	Point d'aniline	95-105°C
	Point d'écoulement	< -9°C
	Indice de réfraction à 20°C	1,51-1,53
	Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI)	1,03-1,07
30	Constante viscosité densité (VGC)	0,845-0,855
	Soufre % en poids	< 3%
	Polycycliques aromatiques	
	(PCA) % en poids	< 2%

Nature chimique des constituants % poids

Hydrocarbures saturés	35-55 %
Composés polaires	0-10 %
Composés aromatiques	40-70 %

5 10. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

10	Masse volumique à 15°C	0,930-0,960
	Viscosité cinématique à 40°C	400-600 mm ² /s
	Viscosité cinématique à 100°C	22-27 mm ² /s
	Point éclair	> 270°C
	Point d'aniline	72-82°C
	Point d'écoulement	< -3°C
15	Indice de réfraction à 20°C	1,51-1,54
	Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI)	1,04-1,07
	Constante viscosité densité (VGC)	0,870-0,885
	Soufre % en poids	< 3,5%
20	Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids	< 3%

Nature chimique des constituants % poids

25	Hydrocarbures saturés	25-50 %
	Composés polaires	5-20 %
	Composés aromatiques	40-75 %

11. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

30	masse volumique à 15°C	0,945-0,965
	viscosité cinématique à 40°C	650-900 mm ² /s
	viscosité cinématique à 100°C	25-33 mm ² /s
	point éclair	> 220°C
	point d'aniline	65-85°C
	point d'écoulement	< -3°C

	Indice de réfraction à 20°C	1,52-1,54
	Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI)	1,04-1,07
	Constante viscosité densité (VGC)	0,880-0,900
5	Soufre % en poids	< 4 %
	Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids	< 3 %
	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
10	Hydrocarbures saturés	55-65 %
	Composés polaires	5-20 %
	Composés aromatiques	20-50 %
15	12. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :	
	Masse volumique à 15°C	0,935-0,965
	Viscosité cinématique à 40°C	650-1200 mm ² /s
	Viscosité cinématique à 100°C	27-37 mm ² /s
	Point éclair	> 290°C
20	Point d'aniline	76-86°C
	Point d'écoulement	< -9°C
	Indice de réfraction à 20°C	1,52-1,54
	Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI)	1,04-1,07
25	Constante viscosité densité (VGC)	0,870-0,900
	Soufre % en poids	< 4 %
	Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids	< 3 %
	<u>Nature chimique des constituants % poids</u>	
30	Hydrocarbures saturés	25-65 %
	Composés polaires	5-20 %
	Composés aromatiques	30-75 %

13. Utilisation d'une huile de procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 comme additifs pour lubrifiants, agents hydrofuges, agents antirouille et pour la dilution des polymères.

5 14. Utilisation d'une huile de procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, pour la fabrication d'articles en caoutchouc, notamment des pneumatiques.

15 15. Utilisation d'une huile de procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, pour la fabrication des encres.

10 16. Articles en caoutchouc et notamment les pneumatiques fabriqués selon un processus utilisant une huile de procédé, selon l'une quelconque des revendications 1 à 12.

17. Encre renfermant une huile de procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12.

15 18. Procédé de préparation d'une huile de procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisé par mélange de bases de lubrifiant choisies dans le groupe formé par les bases dénommées filtrat moyen 80 (FM80), filtrat moyen BS (FMBS), extrait Bright stock (XTBS), filtrat moyen 80 alourdi (FM80A), filtrat moyen BS alourdi (FMBSA), des bases de lubrifiant ayant des caractéristiques similaires à celles des bases précédentes et leurs mélanges, ces caractéristiques étant les suivantes :

		<u>FM BS</u>	<u>FM 80</u>	<u>XT BS</u>
	Masse volumique à 15°C kg/l	0,92-0,94	0,91-0,93	0,99-1,02
25	Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s	500-800	140-200	
	Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s	20-40	10-20	80-150
	Point éclair °C	> 220	> 220	> 220
	Point d'aniline °C	90-110	80-95	30-60
	Point d'écoulement °C	< -3	< -3	< +12
30	Indice de réfraction à 20°C	1,50-1,52	1,49-1,52	1,55-1,58
	Constante viscosité densité (VGC)	0,840-0,860	0,840-0,860	0,920-0,960
	Soufre % en poids	< 3	< 3	< 5
	Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids	< 2	< 2	< 10
35				

Nature chimique des constituants % poids

Hydrocarbures saturés	30-55	35-55	5-25
Composés polaires	0-10	0-10	5-20
Composés aromatiques	40-70	40-70	50-90

5

FM 80 A FM BS A

10	masse volumique à 15°C kg/l	0,92-0,95	0,93-0,97
	Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s	150-300	1000-2000
	Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s	10-25	35-60
	Point d'écoulement °C	< -3	< -3
15	Indice de réfraction à 20°C	1,51-1,53	1,51-1,54
	constante viscosité densité (VGC)	0,860-0,880	0,850-0,890
	Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids	< 3	< 3

Nature chimique des constituants % poids

20	Hydrocarbures saturés	30-55	25-55
	Composés polaires	0-15	5-20
	Composés aromatiques	40-65	40-75

19. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 2 ou 8, par mélange d'huiles de base de lubrifiant FM80 et XTBS ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

- FM80 : de 60 à 90% et de préférence entre 75 et 85% % en poids
- XTBS : de 10 à 40% et de préférence entre 15 et 25% % en poids.

20. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 3 ou 9, par mélange d'huiles de base de lubrifiant FM80 et FMBS ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

- FM80 : de 10 à 40% et de préférence entre 15 et 25% en poids
- FMBS : de 60 à 90% et de préférence entre 75 et 85% en poids.

35

21. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 5 ou 11, par mélange d'huiles de base de lubrifiant FM80 et XTBS ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

5 - FM 80 : de 40 à 70% et de préférence entre 50 et 60% en poids
- XTBS : de 30 à 60% et de préférence entre 40 et 50% en poids.

22. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 4 ou 10, par mélange d'huiles de base de lubrifiant FM80, FMBS et XTBS ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

10 - FM80 : de 45 à 75% et de préférence entre 50 et 65% en poids
- FMBS : de 5 à 25% et de préférence entre 5 et 20% en poids
- XTBS : de 15 à 45% et de préférence entre 20 et 35% en poids.

15 23. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 6 ou 12, par mélange d'huiles de base de lubrifiant FM80, FMBS et XTBS ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

20 - FM80 : de 10 à 45% et de préférence entre 20 et 35% en poids
- FMBS : de 25 à 65% et de préférence entre 35 et 50% en poids
- XTBS : de 5 à 50% et de préférence entre 20 et 35% en poids.

25 24. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 4 ou 10, par mélange d'huiles de base de lubrifiant alourdis FM80A et FMBSA ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

30 - FM80A : de 45 à 75% et de préférence entre 50 et 65% en poids
- FMBSA : de 25 à 55% et de préférence entre 35 et 50% en poids.

25. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 6 ou 12, par mélange d'huiles de base de lubrifiant alourdis FM80A et FMBSA ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

- FM80A : de 15 à 55% et de préférence entre 25 et 40% en poids
- FMBSA : de 45 à 85% et de préférence entre 60 et 75% en poids.

REPUBLIQUE FRANCAISE

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la rechercheN° d'enregistrement
nationalFR 9116291
FA 468464

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y	DE-A-3 938 620 (KLAUS DAHLEKE K.G.) * colonne 1, ligne 1 - ligne 55; revendications 1,3,7,8 *	1-17
Y	EP-A-0 448 793 (RUTGERWEKE A.G.) * page 2, colonne 1, ligne 48 - ligne 57; revendications 1,6,7 *	1-17
Y	KAUTSCHUK UND GUMMI - KUNSTSTOFFE vol. 44, no. 6, 1991, HEIDELBERG DE pages 528 - 536 W.A.SCHNEIDER 'process oils in oil extended sbr' * page 529; tableau 2 *	1-17
A	GUMMI, ASBEST, KUNSTSTOFFE vol. 34, no. 9, Septembre 1981, STUTTGART DE pages 570 - 576 G.G.HAMILTON 'can mixture of aromatic and paraffinic oils replace naphthenics in rubber compounds' * page 574; tableau 2 *	18
A	US-A-3 847 623 (I.W.MILLS) * colonne 8, ligne 53 - colonne 9, ligne 33; revendications 1,4 *	18
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. CL.5)
		C10M C09D C08K
1		
Date d'achèvement de la recherche		Examinateur
29 SEPTEMBRE 1992		ROTS AERT L.D.C.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		
T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons A : membre de la même famille, document correspondant		